

# MECANISMOS DE DISPERSION DE PARTICULAS REFORZANTES PARA POLIPROPILENO EN UN EXTRUSOR DOBLE-HUSILLO

T. Lozano Ramírez, J.C. Barrientos, R. Pichardo Ramírez,

[tomas.lozano@polymtl.ca](mailto:tomas.lozano@polymtl.ca),

*Universidad Autónoma de Tamaulipas, Facultad de Ingeniería "Arturo Narro Siller"  
Centro Universitario Tampico-Madero, C.P. 89000, Tampico, Tamaulipas, Méx.*

## RESUMEN

La evaluación de dispersión de refuerzos particulados en máquinas de procesamiento de materiales plásticos es una parte importante para su diseño. Polipropileno (PP) reforzado con carbonato de calcio fue usado como compuesto modelo para estudiar la dispersión del refuerzo. La evolución de la dispersión fue evaluada a lo largo de un extrusor de doble-husillo por microscopía óptica utilizando diversos tipos de secciones de mezclado. Los elementos de amasado (kneading blocks) fueron muy eficientes para la ruptura de aglomerados del refuerzo. Dependiendo de las condiciones de extrusión, la aglomeración fue observada aún en el estado fundido de la matriz. La cuantificación de la dispersión fue principalmente evaluada a partir de micrografías de muestras obtenidas por microscopía de luz reflejada en conjunción con un análisis de imágenes.

## Introducción

Los refuerzos particulados se usan en polímeros para reducir costos, mejorar el procesamiento, controlar la densidad, modificar las propiedades eléctricas, retardar la flama y para mejorar las propiedades mecánicas (1). Cada tipo de refuerzo mineral tiene diversas características influenciadas por su tamaño, forma, y composición química de la superficie (2). El carbonato de calcio es uno de los refuerzos más comúnmente usados en termoplásticos. Es también el mejor refuerzo para incrementar el módulo de flexión del polipropileno con efectos limitados sobre sus propiedades de impacto. Desafortunadamente, partículas del refuerzo tienden a unirse unas a otras, resultando en agregados y aglomerados. El objetivo de la dispersión es reducir esos agregados y aglomerados a un tamaño aceptable y a un costo razonable. Por esta razón, la dispersión del refuerzo es un parámetro importante para obtener un producto terminado homogéneo y con mejores propiedades.

Los extrusores son las máquinas de procesamiento más usadas para preparar polímeros reforzados. En extrusores de doble-husillo corrotativos (TSE), el mezclado toma lugar en su mayor parte en la sección de bloques de amasado o mezclado como un resultado del corte y elongación. El extrusor corrotativo es una máquina versátil que puede proveer un rango de mezclado desde dispersivo (intensivo) hasta distributivo dependiendo de la configuración de los husillos.

Las configuraciones de extrusores afectan el estado de dispersión y esta última las propiedades de polímeros reforzados, el objetivo de este trabajo de investigación es comprender detalladamente los mecanismos de dispersión de refuerzos minerales a lo largo de un extrusor doble-husillo corrotativo para posteriores optimizaciones.

## Sección experimental

### Materiales

El polímero usado en este estudio fue una resina de PP de alta viscosidad proporcionada por Montell (SM 6100), con un peso molecular promedio en peso de 264 000 g/mol. Se utilizó carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) proporcionado por Omya con una densidad relativa de 2.7 y área superficial de  $12 \text{ m}^2/\text{g}$ , evaluada por adsorción de nitrógeno.

### Cuantificación del Estado de Dispersión.

Para cuantificar la dispersión, las muestras fueron cuidadosamente pulidas de acuerdo a la técnica de preparación desarrollada por Ess (3). La distribución de tamaño de aglomerados y el índice de dispersión desarrollado por Suetsugu (4), fueron usados en este trabajo para evaluar el estado de dispersión de las partículas. El índice de dispersión desarrollado por Suetsugu está definido por:

$$\text{Índice de Dispersión} = 1 - \frac{\pi}{4A\Phi} \sum d_i^2 n_i$$

Donde  $A$  es el área de observación,  $\Phi$  es la fracción volumen del refuerzo y  $d_i$  y  $n_i$  son el diámetro y el número de aglomerados respectivamente. El índice de dispersión varía desde 0 (donde todo el refuerzo permanece en la forma de aglomerados) hasta 1 (donde ningún aglomerado es detectado). El índice de dispersión de Suetsugu mostró una buena correlación con las propiedades de impacto.

### **Procesado del polímero reforzado**

El polímero y el refuerzo fueron procesados en un extrusor de doble husillo corrotativo Leistritz (LSM 30-34). En todos los experimentos, el perfil de temperaturas fue desde 190°C (tolva del extrusor) hasta 210°C a la salida (dato del extrusor). El flujo másico en el extrusor fue de 20 kg/h. Concentraciones de carbonato de calcio de 20% y 50% en peso fueron usadas. El PP y refuerzo fueron introducidos en la tolva del extrusor.

Diversas configuraciones de husillo fueron empleadas para estudiar el mecanismo de dispersión del refuerzo a lo largo el extrusor.

### **Resultados y Discusión**

#### **Mecanismos de Dispersión en el Extrusor**

##### *Macro-aglomeración de partículas del refuerzo antes de la fusión completa del polímero*

Una vez removidos los husillos del extrusor se observó una gran compactación de partículas de refuerzo en la zona de fusión cuando el refuerzo fue introducido simultáneamente con el polímero en la tolva del extrusor. Estos resultados coinciden con los de Mack (5,6), Andersen (7) y Ess (3). El mecanismo puede ser explicado como sigue: las partículas de refuerzo parcialmente incorporadas en la matriz (la zona de transporte de sólidos fue muy corta para plastificar completamente el polímero) fueron compactadas debido a la gran presión en la zona de fusión (primera zona de amasado del extrusor). La compactación fue facilitada debido a que se utilizó una concentración alta de refuerzo y un flujo másico elevado. Se puede concluir que normalmente hay una aglomeración previa a la fusión del polímero (aglomerados del refuerzo están parcialmente mojados por el polímero), las partículas altamente cohesivas interactúan ya sea en los elementos de transporte o zona de fusión y conducen a una aglomeración.

##### *Introducción del refuerzo al centro del extrusor*

Se observó que el estado de dispersión fue adecuado cuando el refuerzo fue introducido al centro del extrusor y utilizando una zona de fusión moderada (sin muchos elementos de amasado). Observaciones similares fueron reportadas por Wu y Bories (8,9). Para zonas de fusión muy severas (consistiendo en muchos elementos de amasado) la dispersión fue inadecuada. Esta aglomeración fue probablemente debido a una floculación del refuerzo por la viscosidad muy baja en el centro del extrusor, también es importante señalar que el nivel de esfuerzos de corte transferidos a las partículas del relleno disminuye con una viscosidad poco baja.

La introducción del mineral en el centro del extrusor presenta algunas ventajas, menos desgaste del barril y tornillo, eliminación de una aglomeración secundaria del refuerzo durante el

transporte de sólidos y una facilidad para incrementar el gasto másico o volumétrico de alimentación.

#### *Macro-Aglomeración de partículas cuando el refuerzo esta incorporado en el polímero fundido*

La aglomeración llega a ser muy difícil cuando la viscosidad del polímero es muy alta. Sin embargo, se observó una aglomeración de partículas de refuerzo en las secciones altamente presurizadas del extrusor doble husillo, cuando un dado capilar fue colocado a la salida del extrusor. El diámetro pequeño (1.85 mm) y la longitud importante del dado capilar (60 mm) condujeron a una elevada presión a la salida del extrusor. Al retirar los husillos se detectó una importante compactación de carbonato de calcio en la última sección de estos (sección cercana al dado) para presiones de extrusión alrededor  $1.38 \times 10^7$  Pa.

La configuración del extrusor de doble tornillo usado para procesar el polímero reforzado se muestra en la Figura 1. El flujo volumétrico del extrusor fue mantenido constante. Una válvula (by-pass) localizada antes del dado capilar permitió controlar el caudal de la entrada en el dado capilar y tomar las muestras para el análisis de tamaños de partícula. Diversos caudales a la entrada del dado capilar fueron utilizados y éstos generaron diversas presiones a la salida del extrusor.

La distribución de tamaño de los aglomerados de las muestras colectadas antes del dado capilar para dos diversas presiones se muestra en la Figura 2. En la figura 2a (histograma), hay menos aglomerados grandes y más aglomerados pequeños comparados al histograma 2b. En los histogramas se observa claramente que hay más partículas en el rango de (30-50)  $\mu\text{m}$  y de (50-70)  $\mu\text{m}$  para una presión de extrusión más baja. Esto indica la aglomeración para presiones elevadas. A bajas presiones se están desintegrando más los aglomerados. Es bien conocido (10), que para el fenómeno de ruptura hay un aumento de aglomerados (daughter fragments).

Los resultados muestran que una presión muy alta a la salida del extrusor ( $1.38 \times 10^7$  Pa), conduce a la compactación del carbonato de calcio altamente cohesivo. En ambos casos, el estado de dispersión fue muy similar en la zona número 4 del extrusor (presión más baja), lo cual significa que la aglomeración fue facilitada en las zonas altamente presurizadas del extrusor. A veces, válvulas especiales se utilizan para aumentar el tiempo de residencia en extrusores doble husillo, sin embargo se debe tener cuidado para evitar la compactación del refuerzo.

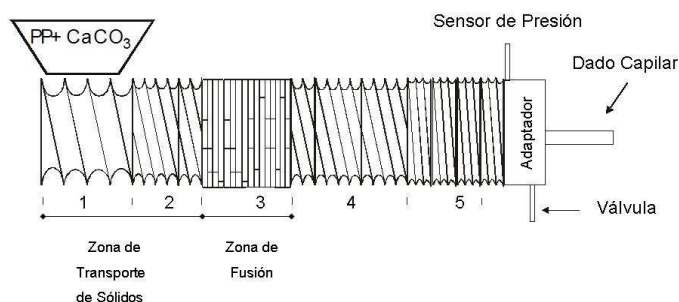
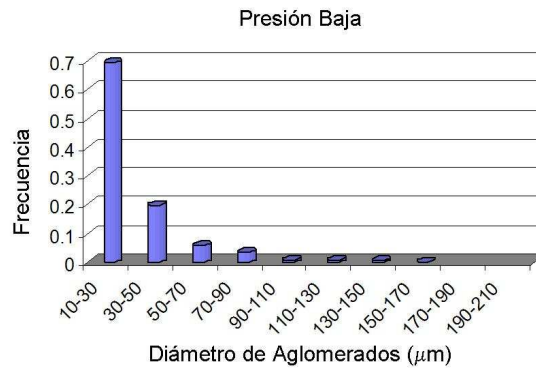


Figura 1. Configuración del extrusor de doble husillo utilizado para extruir muestras de PP/CaCO<sub>3</sub> a través del dado capilar.

a)



b)

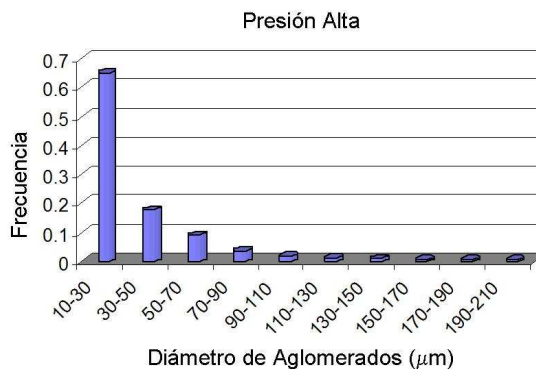


Figura 2. Distribución de tamaño de aglomerados de las muestras extrudidas, a)  $2.21 \times 10^6$  Pa y b)  $1.38 \times 10^7$  Pa generados a la salida del extrusor. En ambos casos el contenido de  $\text{CaCO}_3$  fue de 20% en peso.

### Desintegración de Aglomerados en Secciones de Mezclado

Ess (3) estudió el efecto de los elementos dispersivos (discos segmentados) en la sección de mezclado de un TSE para la dispersión de aglomerados de  $\text{CaCO}_3$  en PP. Sin embargo, él no observó ninguna reducción significativa en el tamaño de las partículas del refuerzo. Probablemente, los discos segmentados no proporcionaron suficientes esfuerzos de corte para romper aglomerados. En el presente trabajo, se utilizaron bloques de amasado para estudiar su efecto sobre la dispersión del refuerzo ( $\text{CaCO}_3$ ) en la zona de mezclado del extrusor doble-husillo. El ancho y ángulo de defasamiento de los elementos de amasado en la zona de mezclado del extrusor se analizan en este artículo. Las configuraciones de tornillos utilizadas se muestran en la Fig. 3.

#### *Efecto del ancho de los elementos de amasado sobre la dispersión del refuerzo*

Las configuraciones 3b y 3c fueron usadas para estudiar el ancho del elemento de amasado. La dispersión obtenida con la configuración 3c fue la mejor. La configuración 3b con solo 4 elementos de amasado (con una longitud total de 30mm) no fue perceptiblemente diferente de la configuración del extrusor sin ningún elemento de amasado en la zona de mezclado (Fig. 4. La mejora en la dispersión con la configuración 3c fue probablemente debido a que el tiempo de residencia fue mayor en la zona de mezclado (mayor duración de los esfuerzos de corte para facilitar rompimiento de partículas que las configuraciones 3a y 3b respectivamente). El tiempo de residencia es mayor cuando se utilizan discos más anchos.

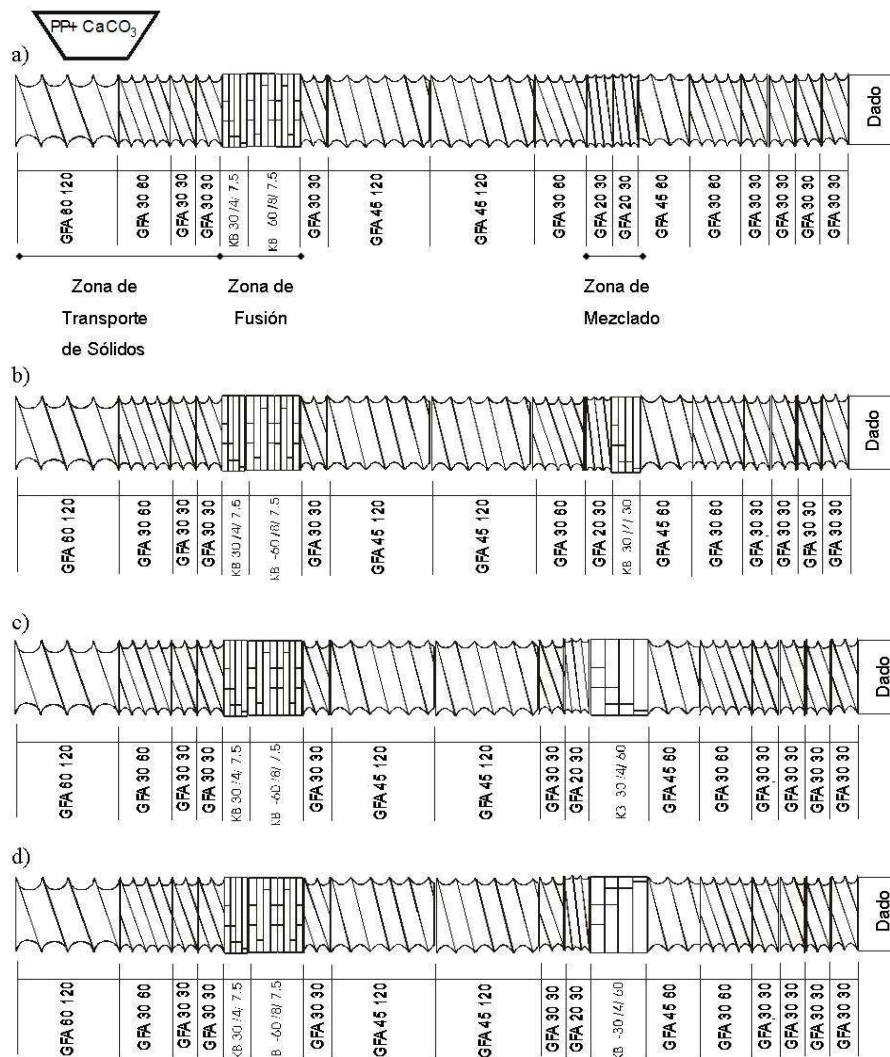


Figura 3. Configuración de la zona de mezclado del TSE, a) sin bloques de amasado; b) cuatro elementos de amasado directos, longitud total = 30 mm (30°); c) cuatro elementos de amasado directos, longitud total = 60 mm (30°), d) cuatro elementos de amasado inversos, longitud total = 60 mm (-30°).

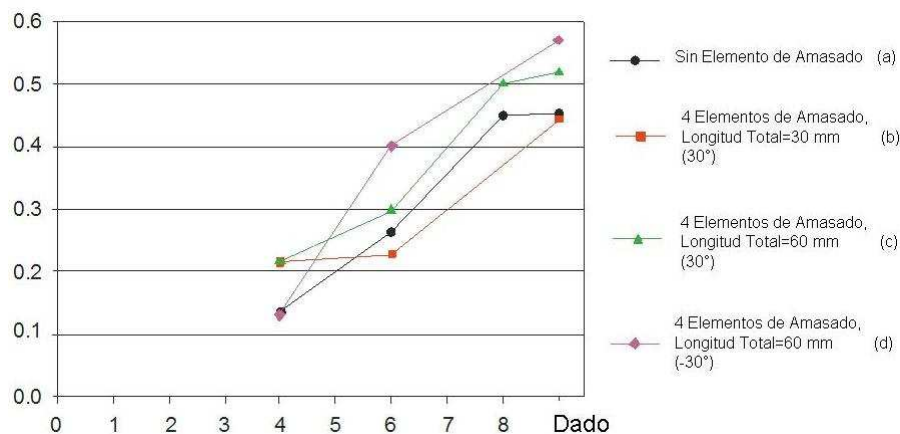


Figura 4. Evolución del índice de dispersión para las diferentes secciones de mezclado del TSE.

## *Efecto del ángulo de desfaseamiento de los elementos de amasado sobre la dispersión del refuerzo*

Las configuraciones 3c y 3d fueron utilizadas para estudiar el efecto del ángulo de desfaseamiento de los elementos de amasado sobre la dispersión. La configuración 3d, con los bloques inversos, dio una dispersión mucho mejor que con las directos (configuración 3c). Los elementos inversos son muy restrictivos; estos elementos empujan el material hacia atrás, aumentando el tiempo de residencia (tiempo de la dispersión) perceptiblemente. En términos generales, elementos inversos dieron el mejor resultado en términos de la reducción de tamaño de los aglomerados (ver valores del índice de dispersión, Fig. 4). Esto se debe probablemente a una duración más larga de los esfuerzos de corte.

### **Conclusiones**

Para un buen procesamiento de materiales poliméricos reforzados en un extrusor de doble tornillo, es preferible agregar el refuerzo al polímero fundido, pero la viscosidad de éste debe ser suficientemente alta para evitar una floculación (aglomeración) de partículas del refuerzo. Este procedimiento reduce un desgaste de los tornillos así como un consumo de energía eléctrica menor. Las presiones muy altas de extrusión pueden conducir a la compactación del refuerzo. Los elementos de amasado inversos son muy eficaces para la dispersión de partículas del refuerzo. Sin embargo, se debe tener cuidado con degradación térmica del polímero. Se observó en esta investigación un aumento importante de la temperatura en la zona de mezclado usando este tipo de arreglo de elementos.

### **Referencias Bibliográficas**

1. J. Kotek, I. Kelnar, J. Baldrian, M. Raab, *European Polym. J.*, **40**, 679 (2004)
2. R. Zitzumbo, S. Alonso, F. Avalos, J.C. Ortiz, M.A. Lopez, M. Arroyo, *J. Nanoscience and Nanotechnology*, **6**, 1 (2006)
3. J.W Ess, PhD Thesis, Brunel University, United Kingdom (1989).
4. Y. Suetsugu, *Int. Polym. Process.*, **5**, 184 (1990).
5. M. H. Mack, *Plast. Eng.*, **8**, 31 (1990).
6. H. Mack, *Plast. Eng.*, **53**, 33 (1997).
7. P.G. Andersen., in *Mixing and Compounding of Polymers*, Edited by Manas-Zloczower and Z. Tadmor, New York, Hanser:680-705 (1994).
8. M. Wu, M.Sc. Thesis, École Polytechnique de Montréal, Canada (1999).
9. M. Bories, M.Sc. Thesis, École Polytechnique de Montréal, Canada (1998).
10. T. Lozano, PhD Thesis, École Polytechnique de Montréal, Canada (2003).

### **Reconocimientos**

Los autores desean agradecer al programa de mejoramiento al profesorado (PROMEP) por el apoyo financiero, No. de Proyecto: PROMEP/103.5/05/1951